

2. パネルディスカッション・技術講演会

平成 18 年度のパネルディスカッション・技術講演会は、以下の来賓の方と会員の方の参加がありました。また、来賓の挨拶の中で計量法見直し動向のお話もあり、クロス分析等の活発な議論と興味深いアスベスト分析の実際についての講演が行われました。

所属職名	氏名
千葉県計量検定所指導課	課長 塚本 祐司 様
千葉県計量検定所指導課	主事 木口 静 様

No.	会 員 名		
1	イカリ消毒(株)技術研究所	A 水柿 貴史	A 氏田 勝三
2	出光興産(株)中央研究所	A 小峰 和則	
3	(株)上総環境調査センター	A 吉田 常夫	
4	(株)環境管理センター	A 折山 浩樹	B 吉本 優
5	キッコーマン(株)分析センター	A 堀内 達雄	A 鈴木 千恵子
	キッコーマン(株)分析センター	A 戸邊 光一郎	
6	(株)三造試験センター	B 横山 祥二	
7	習和産業(株)	A 西村 欣也	
8	(株)住化分析センター	A 宮川 達也	B 伊藤 浩征
9	住友金属鉱山(株)市川研究所	A 北里 朋子	
10	セイコーアイ・テクノリサーチ(株)	A 前田 正吾	
11	(株)太平洋コンサルタント	A 渡辺 澄恵	B 小林久美子
	(株)太平洋コンサルタント	丸田 俊久	
12	(株)ダイワ	A 並木 正信	
13	中外テクノス(株)	A 赤羽 徹	A 葉上 恒嘉
	中外テクノス(株)	B 田中 裕治	
14	月島テクノソリューション(株)	A 横澤 朝美	B 河野 史志
15	東電環境エンジニアリング(株)	B 新屋敷 太平	
16	日建環境テクノス(株)	A 今井 靖子	
17	日本軽金属(株)	石澤 善博	
18	(株)日本公害管理センター千葉支店	A 石井 幸喜	
	(株)日本公害管理センター千葉支店	B 山田 幸男	B 安藤 太郎
19	(株)三井化学分析センター市原分析部	A 安村 則美	
計	19社	31名	

※参加名簿については、事前の参加予定名簿であり、当日の出欠で一部異なる方等の参加の可能性があります。

※A：共同実験の結果を議論する班、B：アスベスト分析について議論する班

2-1. パネルディスカッション

A 班では、第 27 回千環協共同実験(土壤中の Zn、Mn)の結果について、2 班に分かれディスカッションを行いました。B 班ではアスベスト分析についての実務情報交換が行われました。各班とも活発な討議が交わされ、以下に示すような意見が得られました。

A 班: 第 27 回千環協共同実験 - 土壤中の Zn、Mn -

【A-1 班】

株式会社上総環境調査センター
吉田 常夫

1. 試料について

- 配布試料の試料量は各社とも十分であった。
- 試料は均一となっているのか。(分析結果は何回分析しても、他社に比べてZnが低く、Mnが高くでる。)
- Z スコアが満足な値であった他の事業所で、配布試料が残っているなら、分けてもらいたい。→自社で再度分析したい。
- 今回の試料は推定濃度が表示されているが、試料の値付けをしてもらえないか。(標準試料として精度管理に使用したい。)

2. 検液の作成について

- 検液の作成量は、今回2項目のため、6g/200mLとした事業所が多かった。
- 試料や 1mol 塩酸の量り取りは正確に行わないと、誤差の要因となる。
- 振とう方法は、縦振りと横振りがあるが、今回の試料では、あまり変わりなかった。
- 振とう方法は、どちらかといえば、横振りの方が高めに出るようだ。
- 振とう時間は、1mol 塩酸で3wt/vol%であれば、今回の試料は5~10分間振とうで十分だった。
- 色々な試料で振とう時間(2時間連続振とう)は確認されているので、繰り返し精度の点からも守るべきだ。
- 遠心分離は通常行わない方が多い。(30分静置すれば、ほとんどの試料では十分な量の上澄み液が得られる。作業性からやらない方が多い。)
- ただし、シルト分の多い試料は、遠心分離しないとろ紙が目詰まりしてしまう。

3. 検液の前処理について

- ・前処理せず、検液そのままでも分析は可能だ。
 - ・今回の試料ではないが、検液の前処理に硝酸で煮沸したらゲル状になってしまった。
- 50mL 以上の塩酸溶液を硫酸を入れて濃縮した場合、塩が析出する可能性がある。

4. 検液の分析について

- ・トーチやネブライザーを清掃した直後と1週間毎日分析した後では、感度に差が出ることもある。
- ・ICP では試料の噴霧システムはまめに清掃が必要だ。
- ・ICP 法と原子吸光法で同じ試料(標準液)をチェックして、精度管理を実施している。

【A-2 班】

キッコーマン株式会社 分析センター
堀内 達雄

1. ICPの方がフレームより低く計測する傾向があるのはどのような背景か？

- ・ICPは酸濃度の影響を受ける。最適条件はネブライザーの形状によって多少の違いがあるようだが、10%程度入れないと影響が現れる。
- ・好適濃度がフレームとICPで違っているから、希釈による誤差もあるか？
- ・土壌の分析ではろ過条件による誤差が大きいが、酸で溶出させる含有試験であるからこの場合は当たらないだろう。酸濃度の誤差も考え難い。
- ・ICP、フレームの両方で試したところはゼロ。
- ・共存イオンのマトリックス(多分Ca、Mg)の影響が大きいと考える。この試料はこれらを比較的多く含んでいたため、標準添加法を使わないとICPでは影響がでると思われる。内標だけではかわし切れない。(我々のところでは特徴的なマトリックスを含む試料が殆どであるため、常に標準添加法を用いている。でないと二桁程度以上の精度を出せないと考えている。)それが結果として現れていると思う。また、内標や標準線は誤差を生じない様に温度や操作の基本に忠実にやらないと意味がない。

2. ろ過の影響について

- ・今回についてはJISの通りにやったが、溶出試験ではろ過に際して最初の液と最後の液では濃度が相当に違うことが判っている。私はメンブレンを使う時には頻りに膜を交換している。

・遠心はどの程度しているか？

やる時は10000回転、今回はしていないと思う。

・孔径は書いてあるが膜の直径はどの位のものを使用しているか？

5cm程度が多いようだ。

・今回は振ってから濾過するまでの時間は決まっていたが、試しに一晩置いてから濾過した場合はいずれの金属も 5 割以上高い値を検出した。今回、飛び離れて高い値が見られるのはこのようなケースかも知れない。この土壌は徐々に溶解してくる金属を含んでいると思っている。

3. 前処理による影響について

・今回はJISの基準であるから酸処理をした。やるやらないの判断は見た目で判断する場合もあるが、精度を求められる場合は相互に比較せざるを得ない。

・塩酸を使用した場合はシリカが沈殿することがある。その場合はフッ酸で処理しないと値に不安があると思っている。沈殿に吸着されているようだ。

・今回の試料についてはやってもやらなくても良い値が出ているようだ。

4. トーチの扱いについて

・詰まった時の解決法は？

注射器にチューブをつけて繋ぎ、ひたすら押す。だめなら引く。

針金でつつくのはやめた方がよいのでは。傷がつくと均一なプラズマが出来なくなる恐れがある。かなり微妙なものという印象をもっている。

・メーカー指定ではない安いトーチの使用経験は？

使えれば良い様に思う。メーカーのものでも個体差があって、だめなものもある。

比較経験はあまり無いが、平均すると信頼できるのはメーカー品。

5. クロスチェック全般について。

・希釈のやり方、濾過の仕方、機器メーカーなど方法の細部まで記述したら誤差の発生についての考察ができるのでは…。

B 班:アスベスト分析についての実務情報交換

株式会社中外テクノス

田中 裕治

- 石綿障害予防規則の改正により、基準値が1%から0.1%に変わったが、分析機器が対応せず、0.1%の下限値を満足しない試料があり困っている。
- 残渣率0.15の問題が大きく影響し、JISの規格に沿った分析のできる試料が限られている状態。
- 定量分析がうまくいかないため、定性のみで終了するケースも増えてきている。
- X線回折による定性において、明らかに石綿を含有していない試料でも、クリソタイルのピークが検出するが、どの物質によって検出するのか不明な場合も多い(特にPタイル)。
- X線回折による定性では、試料のつめ方によってピークがずれる場合がある。
- 定量値は灰分補正しているが、JISにはするかどうか記載されていない。